SNI 15-0046-1987

Standar Nasional Indonesia

Mutu dan cara uji argon

ICS 71.100.20

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Halaman

Mutu dan cara uji argon

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi klasifikasi,syarat mutu cara pengambilan contoh, cara pengemasan, syarat penandaan dan cara uji argon.

2 Definisi

Argon adalah gas inert (lamban), tidak berwarna dan tidak mempunyai rasa, dengan rumus kimia Ar. Sifat fisiknya dapat berbentuk gas maupun cair.

3 Klasifikasi

Argon diklasifikasikan dalam dua jenis, yaitu :

Jenis I : mutu untuk pengelasan.

Jenis II: mutu untuk bola lampu listrik.

4 Syarat mutu

Masing-masing jenis argon, komposisinya serta gas-gas campuran (impurities) yang dikandungnya harus memenuhi syarat-syarat sebagai berikut :

Unsur	Jenis I	Jenis II
1. argon	99,9 % vol. Min.	99,8 % vol. min
2. oksigen	0,002 % vol. Max.	0,1 % vol. Max.
3. nitrogen	0,1 % vol. Max.	-
4. CO_2	-	0,01 % vol. Max.
5. hidrokarbon, dan lain-lain	-	0,01 % vol. Max.
6. kadar air	0,02 % mg/1 max.	-
7. H_2	0,01 % vol. Max.	0,1 % vol. Max.

5 Cara pengambilan contoh.

Contoh harus diambil secara acak dari kelompok yang dinilai. Cara-cara pengambilan contoh harus memenuhi syarat-syarat yang ditentukan dalam standar ini.

Jumlah contoh yang harus diambil serta maksimum kegagalan contoh untuk meluluskan kelompok harus memenuhi syarat-syarat dalam Tabel pengambilan contoh dan syarat

pelulusan. Setiap contoh dari setiap botol hasil dari pengambilan contoh harus diuji secara terpisah. Apabila di dalam penilaiannya kelompok botol yang dinilai tidak memenuhi syarat pelulusan, maka pengambilan contoh dan penilaiannya dapat diulang kembali dengan persyaratan-persyaratan yang sama.

Pengambilan contoh dan pengujian ulangan, menentukan.

Tabel 1 – pengambilan contoh dan syarat pelulusan

Kelompok (lot) Botol (N)	Contoh (min) yang di ambil dari N botol (n)	Maksimum kegagalan contoh untuk meluluskan kelompok
3 – 8	3	0
9 – 15	3	0
16 – 25	3	0
26 – 40	3	0
41 – 65	4	1
66 – 110	5	2
111 – 180	7	2
181 – 300	10	4
301 – 500	15	7
Di atas 500	20	8

6 Cara uji

6.1 Purity (kadar argon)

Penetapan purity dapat dilakukan dengan cara abcorpsi Lithium.

Pengambilan contoh.

Contoh gas diambil dari dua botol contoh yang dapat diuji dengan "differential manometer", yang dilengkapi dengan" Constant temperature thermostat".

Setelah dua botol contoh disimpan pada temperatur dan tekanan yang sama, kadar impurities dari contoh gas dipisahkan dengan uap Lithium ("Lithium vapour"), setolah diisikan dalam salah satu wadah. Kemudian kedua botol contoh disimpan lagi pada temperatur yang sama. Dengan mengetahui perbedaan tekanan yang dihasilkan dan tekanan gas, maka dapat dihitung kemurniannya.

6.1.1 Alat-alat

Alat-alat dapat terdiri dari "mercury manometer" dua botol contoh, "differential manometer" dan thermostat, seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 1 dan 2.

6.1.2 Cara kerja

Bukalah stop cocks E dan F (lihat Gambar 1) dan hubungkan stop cock C pada pompa vacuum.

Operasikan pompa untuk mengurangi tekanan di bagian dalam pada keadaan vacuum yang tidak lebih dari 0,1 mm Hg, dan baca angka pada "mercury manometer".

Tekanan atmosfer sampai kepekaan 0,1 mm yang menunjukkan sebagai "H" mm Hg.

Tutuplah stop cock C dan hubungkan D pada katub dari botol contoh.

Bukalah D untuk memasukkan (2) gas yang telah dikurangi tekanannya melalui tabung thermoplastic.

Untuk menjaga tekanan kira-kira 1 atmosfer. maka operasikan lagi pompa vacuum untuk mengurangi tekanan di bagian dalam. tidak lebih dari 0,1 mm Hg. Ulangi cara kerja ini dua kali. Kemudian masukkan contoh gas ke dalam alat pada tekanan kira-kira 750 mm Hg.

Tutuplah stop cock D dan operasikan pengaduk di dalam thermostat. Setelah dibiarkan selama kira-kira 30 menit, tutuplah stop cock E dan tentukan dua angka (pembacaan) pada "differential manometer" (3). Kemudian baca perbedaan dari "mercury manometer" sampai kepekaan 0,1 mm, yang menunjukkan "h" mm Hg. Dan ukurlah temperatur pada thermostaf sampai kepekaan 0,1°C, sebagai " t " °C.

Gunakan voltage yang sesuai untuk "lithium heater" dengan me-ngatur sumbu logam lithium (tingkat analitis) (4). Setelah pemanasan 1 jam, matikan aliran pemanas dan operasikan pengaduk. Tambahkan dry ice dalam jumlah yang sesuai, atau potongan-potongan es untuk menurunkan temperatur semula. Setelah dibiarkan (5) selama 1 jam, bukalah stop cock E dan baca perbedaan pada "differential manometer" sampai pada kepekaan 0,1 mm. Hitunglah kadar impurities, 1 % volume sampai dua angka desimal dengan rumus sebagai berikut :

$$I = D \left(\frac{7,38}{P} \rho + \frac{7,85 \; d_2}{100 \; v} \right)$$

di mana :

D = perbedaan pada "differential manometer" (mm).
P = tekanan dari contoh gas pada pemasukkan (H - h) mm Hg.
ρ (6) = berat jenis dari "sealed liquid" pada "differential manometer" (mm).
d(7) = diameter bagian dalam dari "differential manometer" (mm).
V(8) = kapasitas total dari botol contoh gas (ml).

Hitunglah kemurnian contoh gas, A % volume, dengan rumus sebagai berikut :

$$A = 100 - 1$$

CATATAN 1 Contoh gas dapat dimasukkan ke dalam alat dengan suatu cara sehingga tekanan dalam aliran gas tidak terdapat harga negatip.
CATATAN 2 Diffusi minyak atau dibutyl phthalase yang dipompakan, dapat dianjurkan sebagai "sealing liquid" pada "differential manometer".
CATATAN 3 Logam lithium dapat dibersihkan terlebih dahulu dengan larutan yang sesuai. Pada permukaannya dapat digosok dengan mata pisah dan dimasukkan dalam suatu "fusing pan". Kemudian logam lithium ditempatkan dalam panci lain, dapat direduksi pada keadaan vacuum, dan dipanaskan untuk menghilangkan bahan-bahan asing.
CATATAN 4 Temperatur air pada thermostat pada keadaan ini t + 0,5°C.
CATATAN 5 ρ, berat jenis cairan pelapis, (sealing liquid) dapat ditentukan sampai 3 angka desimal.
CATATAN 6 d, diameter bagian dalam dari "differential manometer", dapat diukur sampai 1 angka desimal.
CATATAN 7 V adalah kapasitas total dari pada tabung A, stop cock C dan D mercury manometer dan differential manometer. Pengukuran kira-kira 1000 ml.

6.2 Oksigen

Alirkan sejumlah contoh gas yang kering melalui tabung coper yang terreduksi.

Panaskan pada 500 - 600°C dan kemudian alirkan hydrogen.

Air yang dihasilkan diabsorbsi dalam tabung phosphorus pentoxida dan timbang. Hitung kadar oksigen, X% volume, dengan rumus sebagai berikut :

$$X = \frac{22,4}{2 \times 18 \times 10} \cdot \frac{b}{a}$$

di mana :
a = volume gas yang di alirkan
b = penambahan berat tabung P_2O_5 (mg).

6.3 Hydrogen

Alirkan contoh gas kering dalam jumlah yang sesuai melalui tabung cupricoksida. Panaskan pada 600-700 °C.

Air yang dihasilkan diabsorbsi dalam tabung phosphorus pentoxide dan timbang. Hitunglah kadar hydrogen X% volume dengan rumus sebagai berikut :

$$X = \frac{22,4}{18 \times 10} \cdot \frac{d}{a}$$

di mana:
a = volume gas yang di alirkan
b = penambahan berat tabung P_2O_5 (mg).

Jika kadar hydrogen X % volume, ditetapkan sesuai dengan 6.6. dapat dipakai rumus sebagai berikut :

$$X = \frac{22,4}{18 \times 10} \cdot \frac{1}{a} \left\{ d - \frac{18}{2} (c - b) n \right\}$$

di mana

a = Volume gas yang dialirkan (liter).

d = penambahan berat tabung $P_2 O_5$ (mg).

c = Volume HCl (kira-kira 0,02N) yang dipakai dalam titrasi blanko (ml) (lihat 6.6).

b = Volume HCl (kira-kira 0,02N) yang dipakai dalam titrasi sesungguhnya (ml) (lihat 6.6).

n = normalitas HCl.

6.4 Penetapan kelembaban dengan cara Gravimetric.

Prinsip Kelembaban (moisture) yang terkandung dalam contoh gas diabsorbsikan dalam phosphorus pentoxide, dan ditetapkan dari penambahan berat tabung phosphorus pentoxide.

Di samping itu dapat juga ditetapkan dengan cara "dew point" atau "Vapour pressure" (mendinginkan gas Argon dengan oksigen cair), sebagai ganti cara Galvanimetric. Tetapi dalam hal ini perlu ketelitian dari masing-masing cara, yang dapat ditentukan dengan membandingkan cara Gravimetric dan cara yang telah ditetapkan dalam pengujian.

6.4.1 Alat-alat (lihat gambar 6).

Alat-alat dapat terdiri dari:

a. Tabung U yang diisi dengan $P_2 O_5$ (lihat Gambar 4).

b. Gas flow meter (lihat Gambar 6).

Sambungan dari masing-masing bagian dapat dibuat dari logam yang bersih atau tabung-tabung gelas yang pada sambungannya dipakai pipa-pipa thermoplastik.

6.4.2 Cara kerja

Kurangi tekanan dari contoh gas dengan mengatur pada "reducing valve" yang sesuai, dan masukkan kira-kira 3 liter gas ke dalam alat dengan kecepatan tidak lebih dari 400 ml per menit. Setelah semua stop cock ditutup, lepaskan tabung dari pasangan. Simpan dalam desiccator selama 20 menit, dan timbang secara terpisah sampai skala kepekaan 0,1 mg. Pasang kembali tabung-tabung pada tempat semula, dan masukkan contoh gas, tidak kurang dari 100 liter (9) ke dalam alat pada kecepatan tidak lebih dari 400 ml per menit.

Setelah semua stop cock dari tabung-tabung U ditutup, lepaskan dua tabung $P_2 O_5$ dari pasangan, simpan dalam desiccator selama 20 menit, dan timbanglah secara terpisah sampai pada skala kepekaan 0,1 mg. Hitunglah kandungan kelembaban (moisture), W mg/1 dengan rumus sebagai berikut :

$$W = \frac{d}{a}$$

Di mana:

d = penambahan berat tabung $P_2 O_5$ (mg).

a = volume contoh gas yang diambil (1).

CATATAN 8 Volume contoh gas yang dapat dikonversikan pada harga 0°Cdan760 mm Hg. Temperatur gas pada waktu pengujian harus dalam temperatur kamar.

6.5 Karbon dioksida

Alirkan contoh gas yang kering dalam jumlah yang sesuai melalui larutan Barium hydroksida tertentu yang sebelumnya dipanaskan lebih dahulu pada 60 - 70°C, dan titrasi larutan dengan nN (kira-kira 0,02N) hydrochloric acid, dengan menggunakan larutan phenol-pthalein sebagai indikator. Hitunglah kadar CO_2. X % volume, dengan rumus sebagai berikut:

$$X = \frac{22{,}4}{2 \times 10} \cdot \frac{c - b}{a} \cdot n$$

Dimana :

a = volume gas yang dialirkan (liter).
c = volume HCl (kira-kira 0,02N) yang dipakai dalam titrasi blanko(ml)(lihat6.6).
b = volume HCl (kira-kira 0,02N) yang dipakai dalam titrasi sesungguhnya (ml).
n = normalitas HCl.

6.6 Hydrocarbon dan lain-lain.

Alirkan contoh gas yang kering bebas $C0_2$ dalam jumlah yang sesuai, melalui tabung Cupric Oxide yang dipanaskan 60O-70O°C. Air yang dihasilkan diabsorbsi dalam tabung phosphorus pentoxide dan timbang. Lanjutkan absorbsi air, alirkan gas melalui suatu tabung yang mengabsorbsi CO_2. Panaskan pada 60 -70°C, dan hubungkan dengan tabung P_2 0_5. Titrasi larutan dengan nU (kira-kira 0,02N) hydrochloric acid dengan menggunakan phenol phthalein sebagai indikator. Hitunglah kadar hydrocarbon dan impurities lainnya. X% volume yang dihitung sebagai C_2 H_4, dengan rumus sebagai berikut:

$$X = \frac{22{,}4}{4 \times 10} \cdot \frac{c - b}{a} \cdot n$$

Dimana :

a = volume gas yang dialirkan (liter).
c = volume HCl (kira-kira 0,02N) yang dipakai dalam titrasi blanko (ml).
b = volume HCl (kira-kira 0,02N) yarg dipakai dalam titrasi sesungguhnya (ml).
n = normalitas HCl.

6.7 Penetapan total impurities.

Alat-alat yang dapat digunakan ditunjukkan seperti dalam gambar. Kurangi tekanan bagian dalam dari alat-alat tidak lebih dari 0,1 mm Hg dan panaskan kawat cupric oxide dan kawat tembaga direduksi sampai merah gelap selama 1 - 2 menit, dan dinginkan. Sekarang masukkan contoh gas yang kering ke dalam alat dengan tekanan tidak kurang dari 100 mm Hg. Dan ukurlah tekanan sampai skala terdekat 0,1 mmHg. Alirkan arus listrik selama 5 menit melalui kawat cupric oxide. Panaskan sampai merah pijar dan matikan arus listrik. Kemudian lewatkan arus listrik selama 5 menit melalui kawat yang direduksi. Panaskan sampai merah pijar dan matikan arus listrik. Dinginkan alat pada temperatur kamar dan ukurlah tekanan bagian dalam dari alat. Hitunglah kadar total impurities, X% volume, dengan rumus sebagai berikut :

$$X = (- \frac{b}{a} \cdot \frac{273{,}2 + t_1}{273{,}2 + t_2}) \times 100$$

Dimana:
a = tekanan bagian dalam dari alat mula-mula (mm Hg).
b = tekanan bagian dalam dari alat setelah pengujian (mm Hg).
t_1 = temperatur kamar mula-mula (°C).
t_2 = temperatur kamar setelah pengujian (°C).

6.8 Penetapan nitrogen

Menghitung kadar Nitrogen N% volume, sampai satu angka desimal dengan rumus sebagai berikut:

$$N = I \ (O + H + 0{,}124 \ W).$$

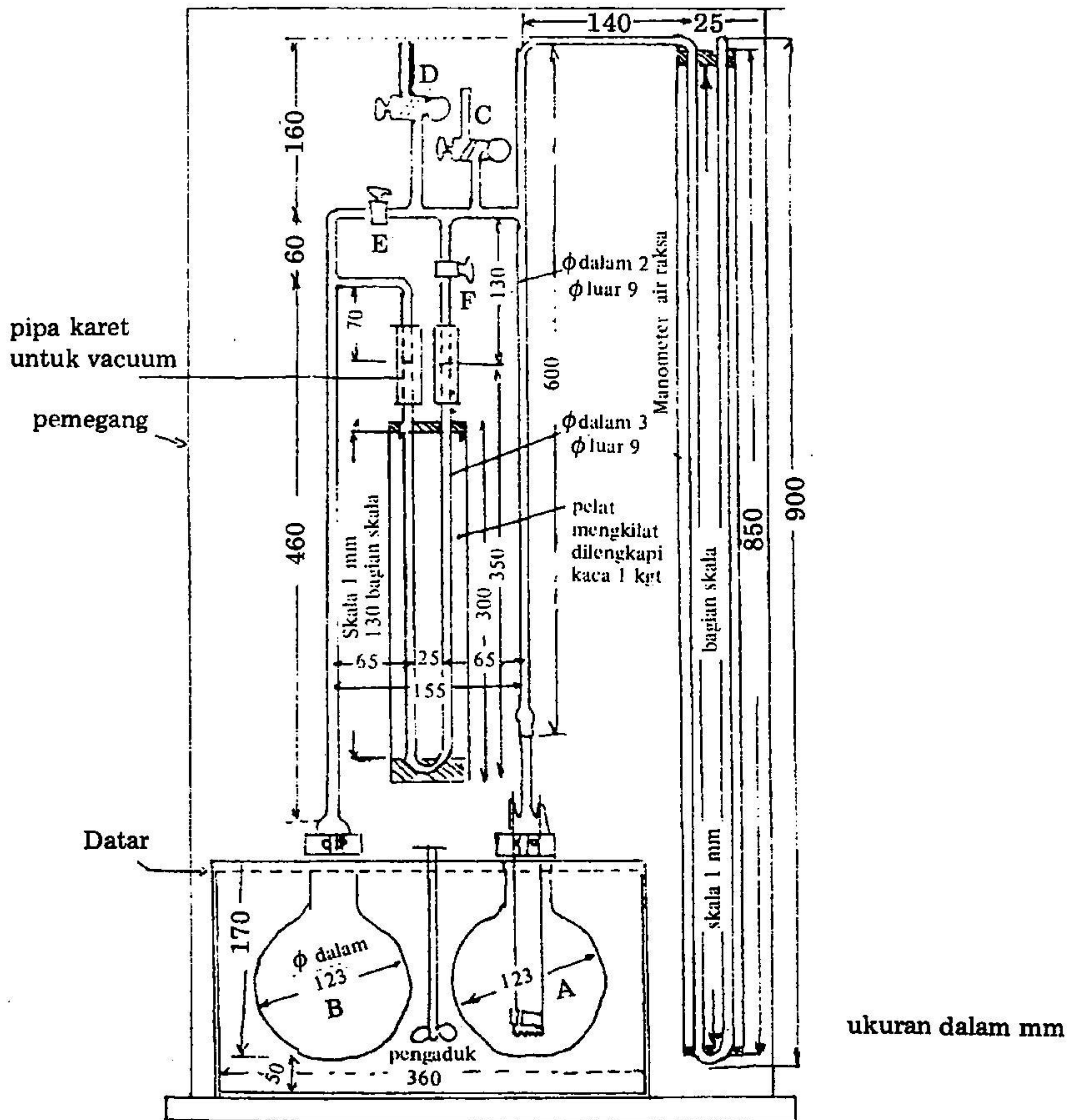
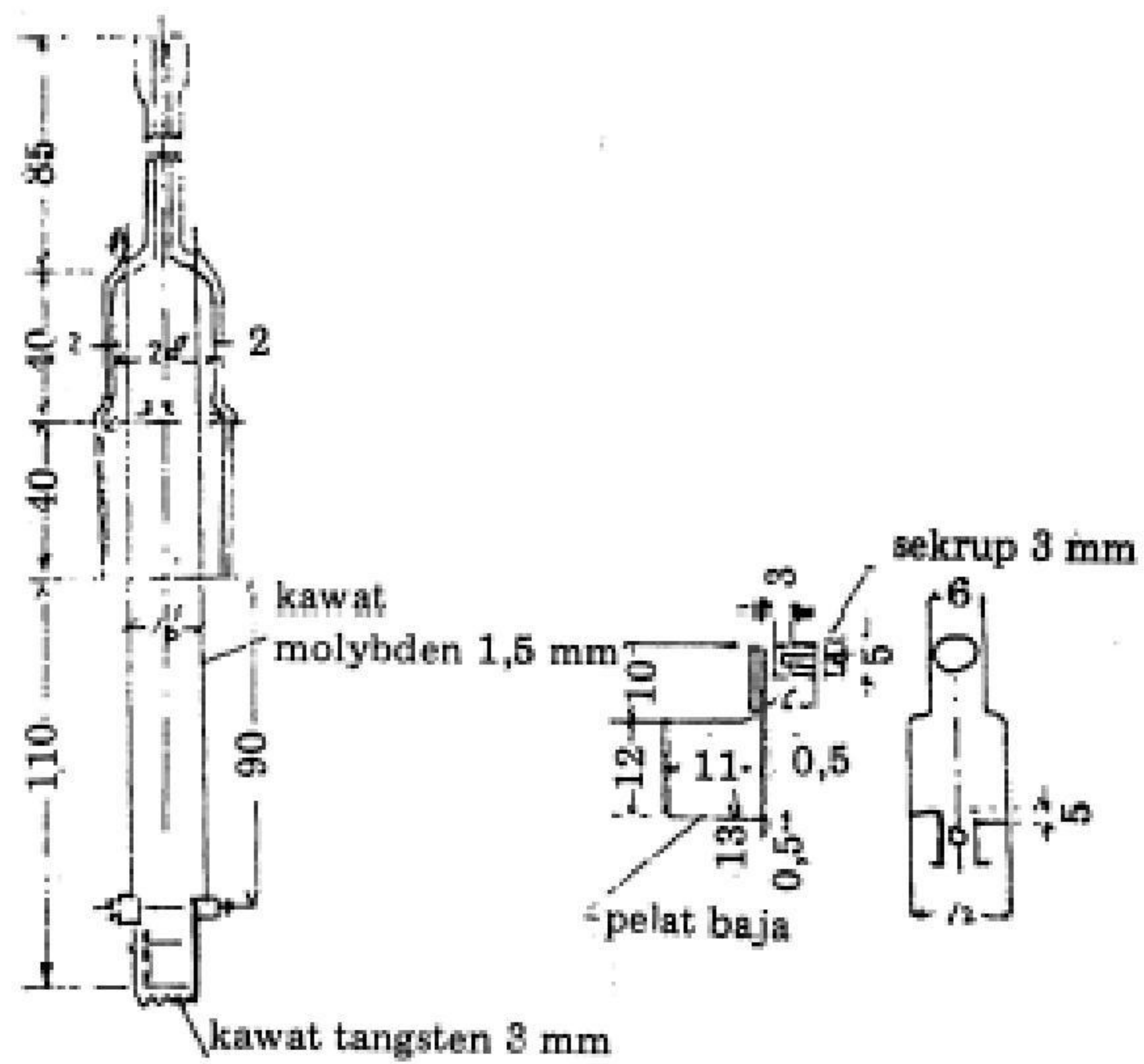
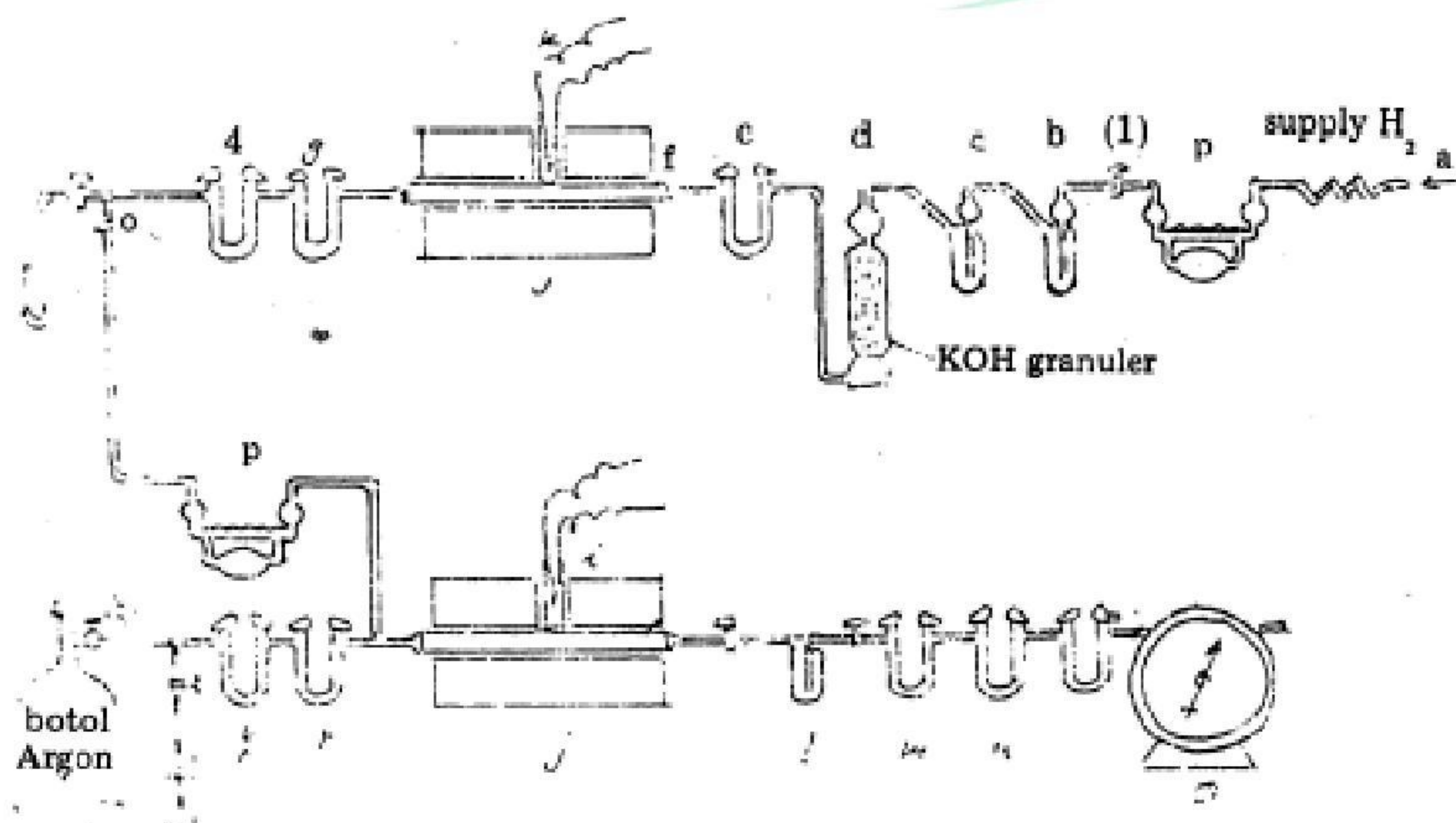
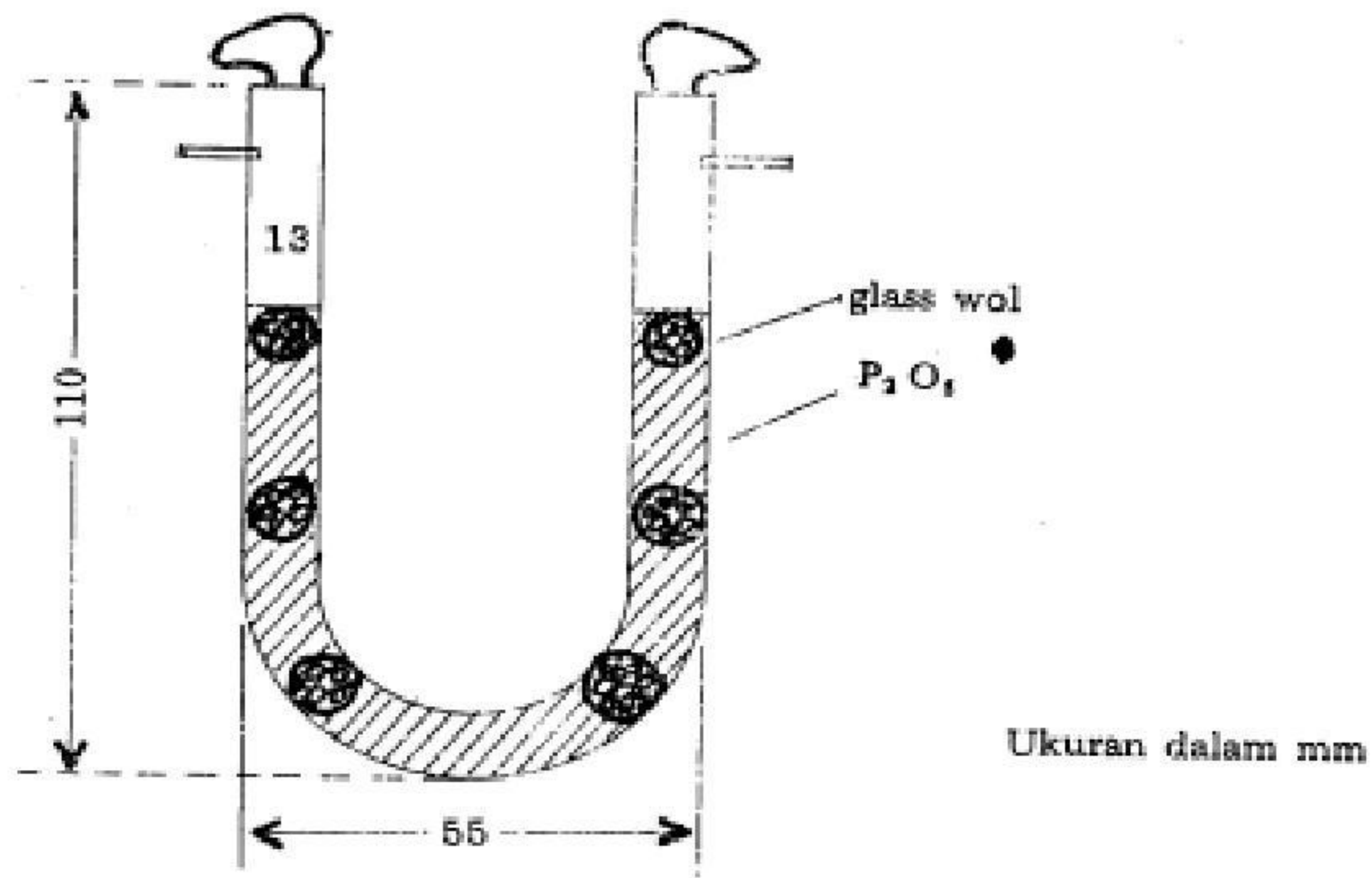
Dimana:
I = kandungan impurities (% volume) yang diperoleh dalam 6.1
O = kandungan oksigen (% volume) diperoleh dalam 6.2
H = kandungan hydrogen (% volume) diperoleh dalam 6 3
W = kandungan kelembapan (mg/1) diperoleh dalam 6.4

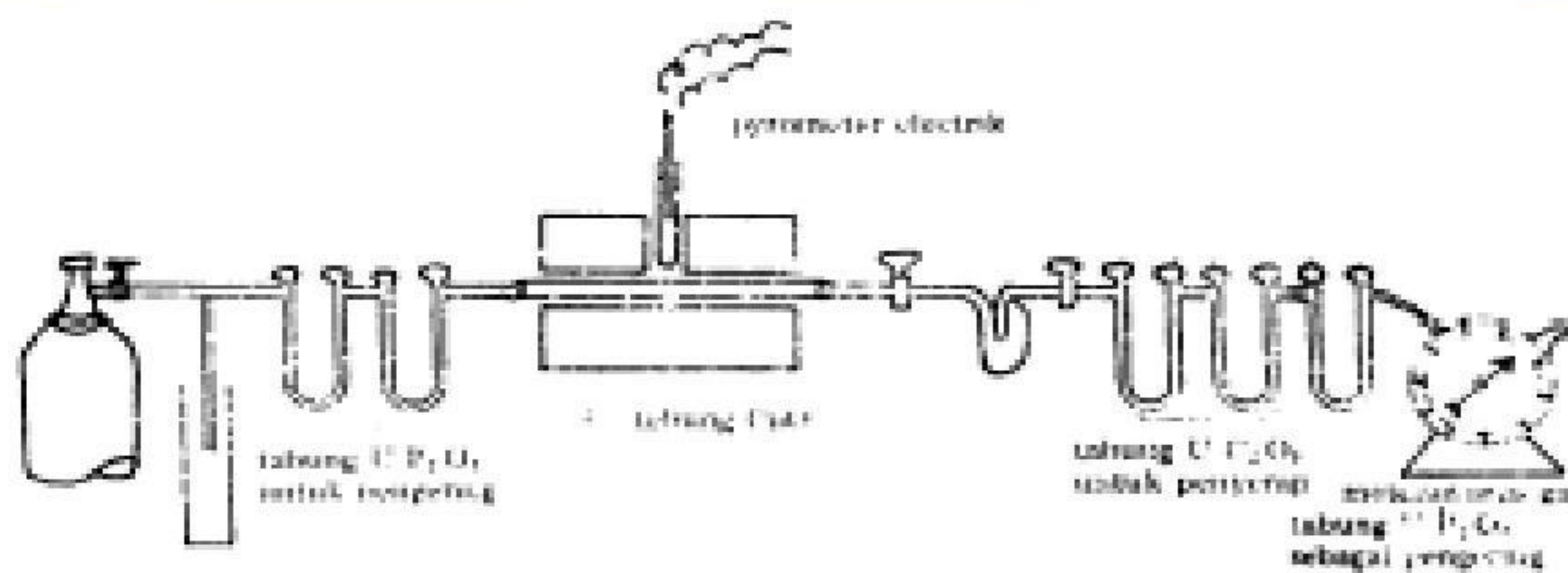
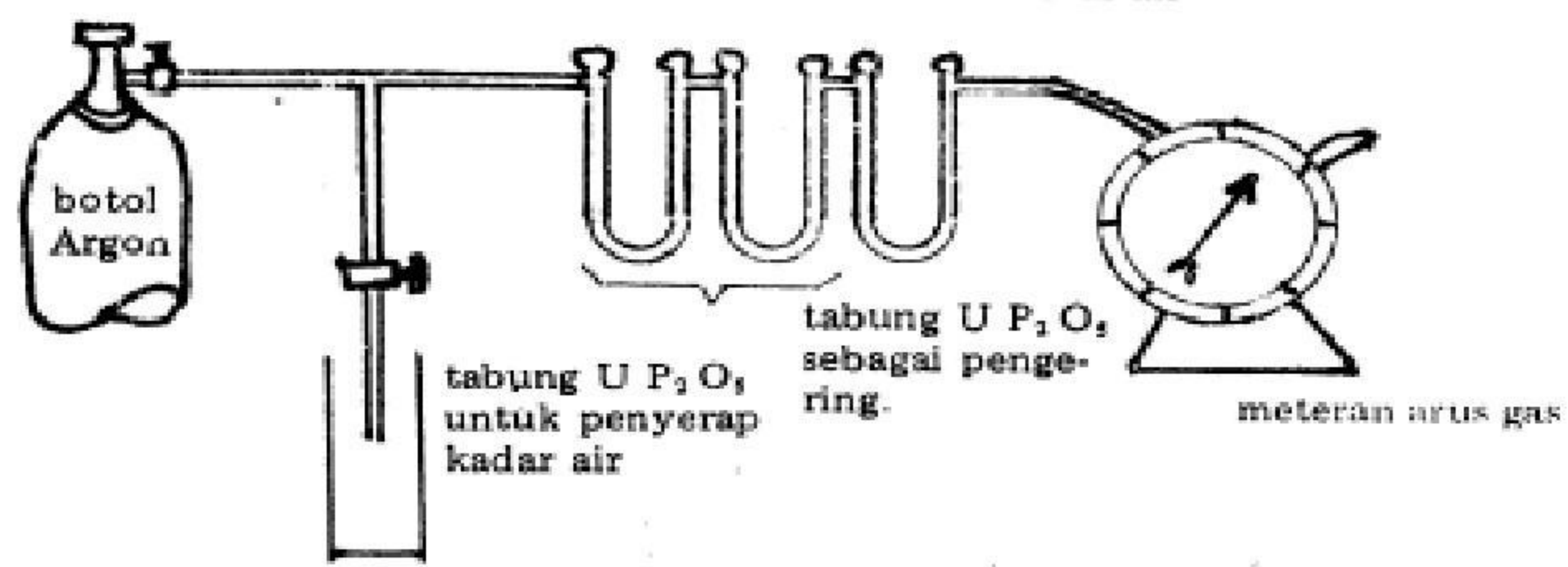
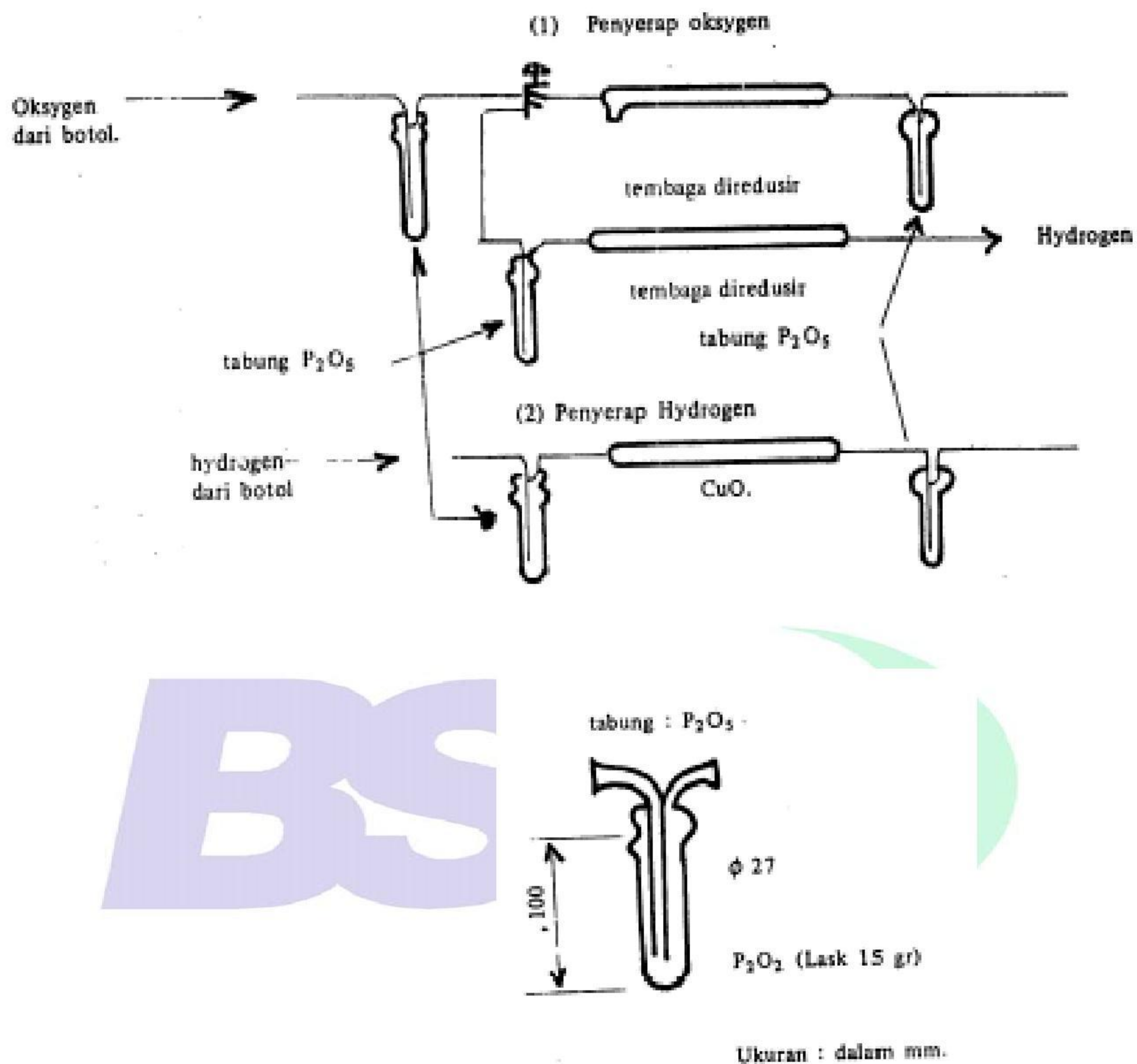
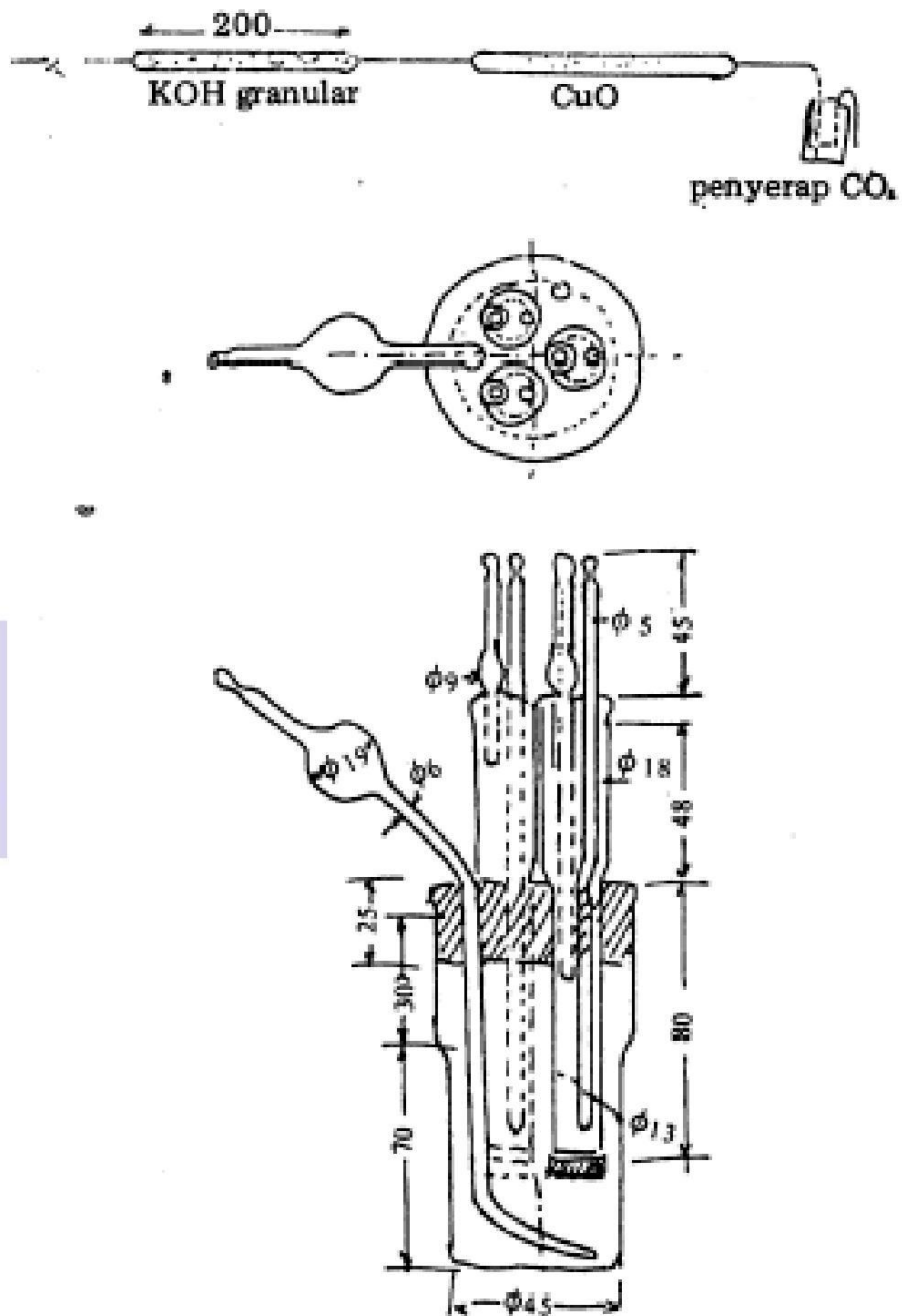
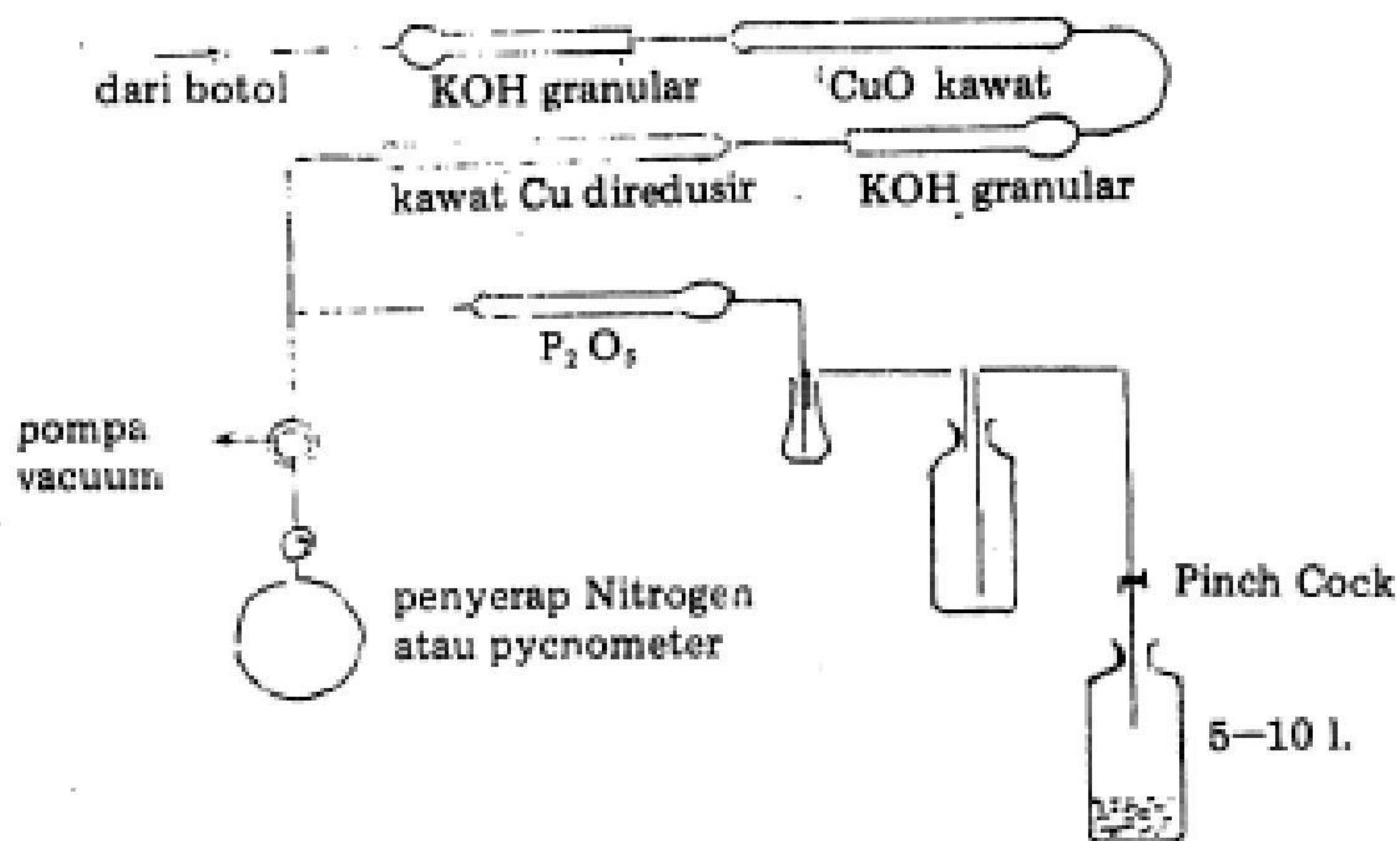
7 Cara pengemasan.

Botol pengemas Argon harus memenuhi syarat-syarat dalam undang-undang dan peraturan keselamatan kerja yang telah diatur oleh Departemen Tenaga Kerja dan Transmigrasi.

8 Syarat penandaan.

Pada setiap botol pengemas Argon yang diperdagangkan harus dicantumkan nama atau merk produsen, jenis dan mutu Argon yang diisikan, tekanan dan volume atau berat isiannya. Di samping itu harus dicantumkan pula tanda-tanda dan bahaya-bahaya yang ditimbulkannya.

ukuran dalam mm

Gambar 1 – Alat untuk menentukan kemurnian

Gambar 2 – Alat pemanas

Gambar 3 – Alat untuk penetapan oxygen

Gambar 4 – Tabung U P_2O_5 untuk menyerap kadar air

CATATAN Tabung U ukuran kecil dan berdinding tipis, berat tidak lebih dari 20 g. hendaknya di pakai untuk tujuan penyerapan.

Gambar 5 – Alat untuk menetapkan kadar hydrogen

Gambar 6 – Alat untuk menentukan kadar air

Gambar 7 – Alat untuk penetapan impurities

Gambar 8 – Penyerap CO_2

Gambar 9 - Sistim pemurnian

Gambar 10 - Alat untuk menetapkan kepekatan argon dengan metode penyerapan nitrogen

Gambar 10 - Alat untuk menetapkan kepekatan argon dengan metode penyerapan nitrogen